

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 479 180

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 07076

(54) Fibre optique infrarouge et procédé de fabrication de cette fibre.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). C 03 C 3/30; C 03 B 37/025; C 03 C 13/00; G 02 B 5/14.

(22) Date de dépôt..... 28 mars 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 40 du 2-10-1981.

(71) Déposant : COMPAGNIE GENERALE D'ELECTRICITE, société anonyme, résidant en France.

(72) Invention de : Daniel Guignot et Christian Le Sergent.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Michel Fournier, SOSPI,
14-16, rue de la Baume, 75008 Paris.

Fibre optique infrarouge et procédé de fabrication de cette fibre

La présente invention concerne une fibre optique infrarouge et son procédé de fabrication.

Différents types de verres capables de transmettre un rayonnement infrarouge sont décrits dans l'article "Materials for infrared optics" (A.J. Worrall) extrait de la revue "Infrared Physics" 1968, volume 8, pages 49 à 58. Worrall précise que des études sont en cours pour appliquer certains de ces verres à la technique des fibres optiques. C'est ainsi que le coeur et la gaine de fibres optiques infrarouges ont été réalisées avec des verres au trisulfure d'arsenic As_2S_3 .

Worrall cite aussi les verres à oxyde de tellure et en particulier le verre $BaO-ZnO-TeO_2$, mais il n'est pas indiqué dans cet article que ces verres peuvent être appliqués à la réalisation de fibres optiques infrarouges.

La présente invention a pour but de réaliser des fibres optiques infrarouges à l'aide de verres comportant de l'oxyde de tellure et de mettre en oeuvre un procédé de fabrication de ces fibres.

La présente invention a pour objet une fibre optique infrarouge comprenant un coeur formé d'un verre transmettant un rayonnement infrarouge et une gaine entourant le coeur, caractérisé en ce que le verre comporte trois oxydes, un premier oxyde constitué par l'oxyde de tellure TeO_2 , un deuxième oxyde constitué par l'oxyde de tungstène WO_3 et un troisième oxyde choisi dans le groupe formé par l'oxyde de tantale Ta_2O_5 et l'oxyde de bismuth Bi_2O_3 .

La présente invention a aussi pour objet un procédé de fabrication d'une fibre optique infrarouge, consistant

- à fondre un mélange de composés pour obtenir un verre en fusion,
- à mouler le verre en fusion pour obtenir une ébauche comportant, dans une proportion prédéterminée, de l'oxyde de tellure TeO_2 , de l'oxyde de tungstène WO_3 et un oxyde choisi dans le groupe formé par l'oxyde de tantale Ta_2O_5 et l'oxyde de bismuth Bi_2O_3
- et à étirer l'ébauche à chaud pour obtenir le coeur de la fibre optique,

caractérisé en ce que la fusion du mélange comporte une première étape dans laquelle la température du mélange sous vide est élevée

- 2 -

jusqu'à une première valeur comprise entre 400 et 600 degrés C, puis une deuxième étape dans laquelle la température du mélange sous vide est maintenue à la première valeur pendant un premier intervalle de temps prédéterminé, et une troisième étape dans laquelle la température du mélange est élevée de la première valeur jusqu'à la température de fusion, un gaz sec à la pression atmosphérique circulant autour du mélange.

Des formes particulières de l'objet de la présente invention sont décrites ci-dessous, à titre d'exemple, en référence aux dessins annexés dans lesquels les figures 1 et 2 sont des diagrammes illustrant les proportions en poids des constituants de verres à partir desquels peuvent être réalisés des fibres optiques selon l'invention.

Un verre capable de constituer le coeur d'une fibre optique infrarouge selon l'invention est composé de trois constituants : l'oxyde de tellure TeO_2 , l'oxyde de tungstène WO_3 et un autre oxyde qui peut être soit l'oxyde de tantale Ta_2O_5 , soit l'oxyde de bismuth Bi_2O_3 .

Lorsque ce verre comprend de l'oxyde de tantale, les proportions en poids des trois constituants répondent de préférence à certaines conditions illustrées sur le diagramme de la figure 1. Ce diagramme comprend trois axes de coordonnées formant un triangle équilatéral $A_1B_1C_1$. Sur le côté A_1B_1 du triangle sont portés les pourcentages en poids de l'oxyde de tantale, dans le sens croissant de A_1 vers B_1 . Sur le côté B_1C_1 sont portés les pourcentages de l'oxyde de tellure, dans le sens croissant de B_1 vers C_1 . Sur le côté C_1A_1 du triangle sont portés les pourcentages de l'oxyde de tungstène, dans le sens croissant de C_1 vers A_1 .

Un point figuratif K_1 de la surface du triangle $A_1B_1C_1$ est défini par ses trois coordonnées A_1P_1 , B_1Q_1 et C_1R_1 , les trois lignes de coordonnées K_1P_1 , K_1Q_1 et K_1R_1 étant respectivement parallèles à trois directions indiquées par des flèches e_1 , f_1 et g_1 partant des graduations marquées sur les côtés A_1B_1 , B_1C_1 et C_1A_1 du triangle. La somme des trois coordonnées d'un point quelconque est toujours égale à 100 d'après les propriétés du triangle équilatéral.

Les points figuratifs de la figure 1 définissant les proportions en poids des trois constituants de différents verres selon l'invention sont choisis de préférence à l'intérieur d'une région hachurée S_1 de la surface du triangle $A_1B_1C_1$. Cette région est délimitée d'une part par une courbe D_1 et d'autre part par un segment H_1I_1 , H_1 et I_1 étant les points d'intersection de la courbe D_1 avec le côté C_1A_1 .

Le point K_1 , situé à l'intérieur de la région S_1 , représente donc un verre dont la composition est la suivante

	TeO_2	80%
10	WO_3	10%
	Ta_2O_5	10%

Lorsque le verre comprend de l'oxyde de bismuth Bi_2O_3 , les proportions en poids des trois constituants répondent de préférence aux conditions illustrées sur le diagramme de la figure 2, construit de façon analogue à celui de la figure 1.

Sur les 3 côtés A_2B_2 , B_2C_2 et C_2A_2 du triangle équilatéral $A_2B_2C_2$ sont portés respectivement les pourcentages en poids de l'oxyde de bismuth, de l'oxyde de tellure et de l'oxyde de tungstène.

Les divers points de la surface du triangle $A_2B_2C_2$ définissent donc les proportions en poids des trois constituants de différents verres selon l'invention. Ces points sont choisis de préférence à l'intérieur d'une région hachurée S_2 de la surface du triangle $A_2B_2C_2$. Cette région, dont l'aire est supérieure à celle de S_1 , est délimitée d'une part par une courbe D_2 et d'autre part par un segment H_2I_2 , H_2 et I_2 étant les points d'intersection de la courbe D_2 avec le côté C_2A_2 .

Un point typique K_2 situé à l'intérieur de la région S_2 , représente un verre dont la composition est la suivante :

	TeO_2	60%
30	WO_3	20%
	Bi_2O_3	20%

En plus de ses trois constituants principaux, le verre de coeur d'une fibre optique infrarouge selon l'invention peut contenir, dans une proportion en poids inférieure à 5%, au moins un additif choisi

dans le groupe formé par PbO_2 , As_2O_3 , Sb_2O_3 , PbF_2 , $PbCl_2$, ZnF_2 et $ZnCl_2$.

- Pour réaliser une fibre optique selon l'invention, on broye finement et on mélange soigneusement des composés qui peuvent comprendre
- 5 les trois constituants préalablement définis, dans une proportion en poids correspondant par exemple au point K_1 de la région S_1 de la figure 1.

- Cependant on peut utiliser comme matériaux de départ des composés différents des trois constituants préalablement définis, mais la
- 10 nature et la proportion de ces matériaux sont déterminés pour obtenir, après fusion, un verre comprenant les trois constituants, de préférence dans des proportions correspondant aux surfaces S_1 et S_2 des figures 1 et 2. C'est ainsi qu'on peut utiliser comme matériau de départ par exemple un carbonate qui se décompose en cours de fusion pour donner
- 15 un des oxydes constituant le verre.

A ces trois constituants, on peut ajouter au moins un des additifs cités ci-dessus, dans une proportion en poids inférieure à 5%. Ces additifs ont pour effet d'augmenter la transparence du verre à certaines longueurs d'onde et de faciliter l'élimination de l'eau.

- 20 Le mélange pulvérulent est placé dans un creuset en métal précieux qui peut être l'or, la platine, le rhodium ou un alliage de ces métaux.

- On place ensuite le creuset contenant le mélange dans un four à l'intérieur duquel on fait le vide. La température du four est élevée progressivement jusqu'à une "température de séchage" comprise
- 25 entre 400 et 600 degrés C. On maintient cette température de séchage pendant un palier de température durant un temps prédéterminé qui peut être de l'ordre de 10 heures, le mélange étant toujours sous vide. Ce palier de température a pour effet d'éliminer la plus grande partie de l'eau que contenait le mélange initial.

- 30 On élève ensuite progressivement la température du four jusqu'à la température de fusion du verre, comprise entre 750 et 900 degrés C; tout en faisant circuler dans le four un gaz sec à la pression atmosphérique. Ce gaz peut être un gaz neutre tel que l'hélium et l'argon, ou un gaz faiblement réducteur tel qu'un mélange de gaz carbonique
- 35 et d'oxyde de carbone. Le gaz peut être séché sur un tamis moléculaire par exemple.

On maintient la température de fusion pendant un autre palier de température durant un temps prédéterminé qui peut être aussi de l'ordre de 10 heures.

Pendant une partie du palier de fusion, on procède utilement
5 d'abord à un barbotage de gaz sec à la pression atmosphérique, par introduction, dans le bain de verre de fondu, d'un tube d'arrivée de gaz, ce gaz sec étant d'un type analogue ou même identique à celui introduit dans le four au cours de l'étape précédente. Ce barbotage permet d'éliminer complètement les traces d'eau qui pourraient subsister
10 dans le verre. Pendant l'autre partie du palier de fusion, après le barbotage, les bulles de gaz qui pourraient se trouver incluses dans le bain sont éliminées. Pour faciliter le dégazage il peut être utile alors de faire le vide dans le four.

Puis on introduit de nouveau le gaz sec pour couler le verre
15 en fusion dans un moule en graphite préchauffé à 300°C environ.

Le moule est ensuite transféré dans un four auxiliaire où le verre subit un recuit à une température comprise entre 280 et 350 degrés C, ce recuit étant suivi d'un refroidissement lent.

Le bloc de verre obtenu est alors usiné avec des outils diamantés
20 pour obtenir une ébauche de fibre optique. Cette ébauche peut avoir par exemple la forme d'un barreau cylindrique dont le diamètre peut être compris entre 8 et 10 mm.

Ce barreau est ensuite réchauffé à une température de l'ordre de 400°C de façon à le ramollir suffisamment pour procéder à l'étirage
25 à chaud, suivant la technique connue. On obtient ainsi le coeur d'une fibre optique infrarouge.

Le coeur de la fibre optique infrarouge peut être recouvert d'une gaine optique par un moyen connu, par exemple par induction ou par extrusion, cette gaine étant constituée d'une matière plastique
30 transparente d'indice de réfraction inférieur à celui du verre de coeur. Cette matière plastique présente de préférence une bonne résistance mécanique. Elle peut être constituée par une résine polyoléfine ou polysilicone.

On constate que si le point figuratif du mélange est choisi
35 en dehors des régions S_1 et S_2 des figures 1 et 2, le verre présente

l'inconvénient de se "dévitrifier" au moment du ramollissement, ce qui diminue sensiblement sa transparence à l'état solide. On peut pallier cet inconvénient en faisant subir au verre, pendant son élaboration, un refroidissement très rapide, de façon que le phénomène de dévitrification n'ait pas le temps de se produire. Mais les mêmes difficultés se représentent au moment de l'étirage de l'ébauche.

Le choix du point figuratif du mélange à l'intérieur des régions S_1 ou S_2 permet d'obtenir plus facilement une ébauche de bonne qualité et d'étirer cette ébauche sans détériorer les qualités optiques du verre.

A titre indicatif, le procédé selon l'invention permet de réaliser des fibres optiques de 200 microns de diamètre à une vitesse d'étirage de 10 à 20 mètres par minute. Les fibres optiques selon l'invention transmettent le rayonnement depuis le domaine visible jusqu'à une longueur d'onde de 5,5 microns environ. L'affaiblissement des signaux transmis par ces fibres à la longueur d'onde de 4 microns est de l'ordre de 10 dB/mètre.

Les fibres optiques infrarouges selon l'invention peuvent être appliquées à la transmission d'informations sur courtes distances, à la transmission d'images infrarouges, à l'analyse spectroscopique, voire à la microchirurgie par laser.

REVENDEICATIONS

- 1/ Fibre optique infrarouge comprenant un coeur formé d'un verre transmettant un rayonnement infrarouge et une gaine entourant le coeur, caractérisé en ce que le verre comporte trois oxydes, un premier oxyde constitué par l'oxyde de tellure TeO_2 , un deuxième oxyde constitué par l'oxyde de tungstène WO_3 et un troisième oxyde choisi dans le groupe formé par l'oxyde de tantale Ta_2O_5 et l'oxyde de bismuth Bi_2O_3 .
- 2/ Fibre optique selon la revendication 1, caractérisé en ce que, le troisième oxyde étant constitué par l'oxyde de tantale, les proportions en poids des trois oxydes dans le verre sont les coordonnées d'un point quelconque choisi dans le groupe des points situés à l'intérieur de la région S_1 de la figure 1 des dessins annexés.
- 3/ Fibre optique selon la revendication 1, caractérisé en ce que, le troisième oxyde étant constitué par l'oxyde de bismuth Bi_2O_3 , les proportions en poids des trois oxydes dans le verre sont les coordonnées d'un point quelconque choisi dans le groupe des points situés à l'intérieur de la région S_2 de la figure 2 des dessins annexés.
- 4/ Fibre optique selon la revendication 1, caractérisé en ce que le verre comporte en outre, dans une proportion maximale de 5% en poids, au moins l'un des additifs faisant partie du groupe constitué par PbO_2 , As_2O_3 , Sb_2O_3 , PbF_2 , PbCl_2 , ZnF_2 et ZnCl_2 .
- 5/ Fibre optique selon la revendication 1, caractérisé en ce que la gaine est formée d'une matière plastique dont l'indice de réfraction est inférieur à celui du verre de coeur, cette matière plastique étant choisie dans le groupe constitué par les résines polyoléfiniques et polysilicones.
- 6/ Procédé de fabrication d'une fibre optique infrarouge, consistant
 - à fondre un mélange de composés pour obtenir un verre en fusion,
 - à mouler le verre en fusion pour obtenir une ébauche comportant, dans une proportion prédéterminée, de l'oxyde de tellure TeO_2 , de l'oxyde de tungstène WO_3 et un oxyde choisi dans le groupe formé par l'oxyde de tantale Ta_2O_5 et l'oxyde de bismuth Bi_2O_3

- et à étirer l'ébauche à chaud pour obtenir le coeur de la fibre optique,
- caractérisé en ce que la fusion du mélange comporte une première étape dans laquelle la température du mélange sous vide est élevée
- 5 jusqu'à une première valeur comprise entre 400 et 600 degrés C, puis une deuxième étape dans laquelle la température du mélange sous vide est maintenue à la première valeur pendant un premier intervalle de temps prédéterminé, et une troisième étape dans laquelle la température du mélange est élevée de la première valeur jusqu'à la température
- 10 de fusion, un gaz sec à la pression atmosphérique circulant autour du mélange.
- 7/ Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comporte, après la fusion et avant le moulage, une étape supplémentaire pendant laquelle la température du verre est maintenue à la température de
- 15 fusion pendant un deuxième intervalle de temps prédéterminé.
- 8/ Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que, pendant l'étape supplémentaire, on fait d'abord barboter un gaz sec à la pression atmosphérique dans le verre en fusion, puis on fait le vide autour du verre en fusion, le gaz sec étant réintroduit à la fin
- 20 de l'étape supplémentaire.
- 9/ Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il consiste en outre à enrober le coeur de la fibre d'une couche de matière plastique transparente constituant la gaine de la fibre.

FIG. 1

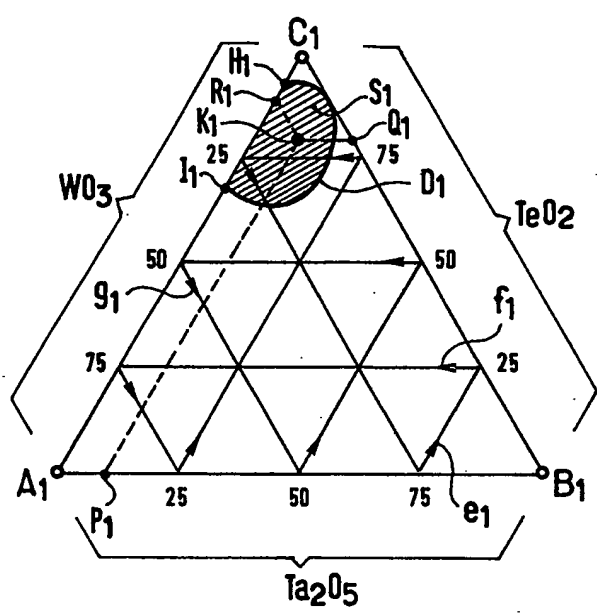


FIG. 2

